

日 本 国 特 許 庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

E U

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application:

1 9 9 9 年 4 月 2 1 日

REC'D 09 JUN 2000

出 願 番 号
Application Number:

平成 1 1 年 特 許 願 第 1 1 3 0 5 6 号

WIPO

PCT

出 願 人
Applicant (s):

住友精化株式会社

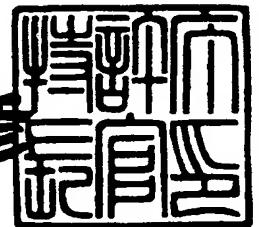
PRIORITY
DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 0 年 5 月 2 6 日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Patent Office

近 藤 隆 彦



出 証 番 号 出 証 特 2 0 0 0 - 3 0 3 7 9 0 1

【書類名】 特許願

【整理番号】 P11-114421

【提出日】 平成11年 4月21日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C08G 69/00
C08J 3/05

【発明の名称】 ポリアミド樹脂水性分散液の製造方法

【請求項の数】 6

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県姫路市飾磨区入船町 1 番地 住友精化株式会社第
2 研究所内

【氏名】 荒木 英一

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県姫路市飾磨区入船町 1 番地 住友精化株式会社第
2 研究所内

【氏名】 杉原 範洋

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県姫路市飾磨区入船町 1 番地 住友精化株式会社第
2 研究所内

【氏名】 中尾 佳一郎

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県姫路市飾磨区入船町 1 番地 住友精化株式会社第
2 研究所内

【氏名】 眞鍋 浩司

【特許出願人】

【識別番号】 000195661

【氏名又は名称】 住友精化株式会社

【代理人】

【識別番号】 100086380

【弁理士】

【氏名又は名称】 吉田 稔

【選任した代理人】

【識別番号】 100103078

【弁理士】

【氏名又は名称】 田中 達也

【連絡先】 0 6 - 6 7 6 4 - 6 6 6 4

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 024198

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9406649

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 ポリアミド樹脂水性分散液の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が 60/40～100/0 であるポリアミド樹脂を、末端カルボキシル基 1 モル当たり 0.2～3 モルの割合の塩基性物質を含む水性分散媒中に分散させることを特徴とするポリアミド樹脂水性分散液の製造方法。

【請求項 2】 前記ポリアミド樹脂が、 $-\text{NH}(\text{CH}_2)_5\text{CO}-$ 、 $-\text{NH}(\text{CH}_2)_6\text{NHCO}(\text{CH}_2)_4\text{CO}-$ 、 $-\text{NH}(\text{CH}_2)_6\text{NHCO}(\text{CH}_2)_8\text{CO}-$ 、 $-\text{NH}(\text{CH}_2)_{10}\text{CO}-$ 、 $-\text{NH}(\text{CH}_2)_{11}\text{CO}-$ からなる群より選ばれた少なくとも 1 種を構造単位としている、請求項 1 記載のポリアミド樹脂水性分散液の製造方法。

【請求項 3】 前記塩基性物質が、アルカリ金属水酸化物である、請求項 1 または 2 記載のポリアミド樹脂水性分散液の製造方法。

【請求項 4】 前記ポリアミド樹脂の分散を $70^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ で行なう請求項 1 ないし 3 のいずれかに記載のポリアミド樹脂水性分散液の製造方法。

【請求項 5】 前記ポリアミド樹脂の分散を剪断力を加えて行なう請求項 1 ないし 4 のいずれかに記載のポリアミド樹脂水性分散液の製造方法。

【請求項 6】 末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が 60/40～100/0 であって、重量平均粒子径 $0.1 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ のポリアミド樹脂の分散粒子と、該ポリアミド樹脂の末端カルボキシル基 1 モル当たり 0.2～3 モルの割合の塩基性物質と、水とを含むポリアミド樹脂水性分散液。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、ポリアミド樹脂水性分散液の製造方法に関する。さらに詳しくは、粒子径が小さく静置安定性に優れたポリアミド樹脂水性分散液の製造方法および該製造方法により得られたポリアミド樹脂水性分散液に関する。

【0002】

【従来の技術】

ポリアミド樹脂の水性分散液は、基材に対してポリアミド樹脂のコーティング塗膜を形成することにより、耐油性、耐溶剤性、耐薬品性、耐磨耗性、気体遮断性、接着性等を付与することができることから水性インキ、繊維処理剤、繊維目止め剤、紙処理剤、バインダー、潤滑剤、鋼板表面処理剤、表面改質剤および芯地接着などのホットメルト接着剤等に広く用いられている。

【 0 0 0 3 】

ポリアミド樹脂は、製造プロセス上、乳化重合により製造できないため、それを水性媒体中に分散させたポリアミド樹脂水性分散液の製造方法については、従来より種々の提案がなされている。

【 0 0 0 4 】

例えば、ポリアミド樹脂を有機溶剤に溶解し再沈殿した後、水溶媒に置換する製造方法が提案されている（特開昭 6 1 - 2 2 3 0 5 9 号公報、特開昭 6 3 - 1 8 6 7 3 8 号公報）。しかしながら、再沈殿により得られる粒子はその粒子径が大きいこと、また水溶媒に置換する際に粒子が再凝集する場合が多いこと、プロセスが煩雑であること等の問題がある。

【 0 0 0 5 】

一方、水不溶性の有機溶剤に溶解したポリアミド樹脂溶液を、水性媒体中で乳化剤とともに、特殊な乳化装置を使用して高剪断力で攪拌乳化した後、有機溶剤を除去する、いわゆる後乳化法と呼ばれる製造方法も提案されている。しかしながら、ポリアミド樹脂は有機溶剤に対する溶解度が小さいため、後乳化法では非常に生産性が低く経済的な方法とはいえない。また、有機溶剤を除去する際の発泡の制御等、工程が複雑となり経済的に不利となる。さらに、製品中に有機溶剤や乳化剤が残存したり、作業環境の悪化、環境汚染を招く恐れがあるなど工業的に有利な方法とはいえない。

【 0 0 0 6 】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、粒子径が小さく、静置安定性に優れたポリアミド樹脂水性分散液を容易に、しかも有機溶剤を使用せず安全にかつ安価に製造する方法を提供することを目的とするものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記課題を解決すべく鋭意検討した結果、特定のポリアミド樹脂を特定量の塩基性物質を含む水性分散媒中に分散させると、ポリアミド樹脂中の末端カルボキシル基が親水性の塩となり、その結果、粒子径が小さく静置安定性に優れたポリアミド樹脂水性分散液が工業的に有利に得られることを見だし、本発明を完成した。

【0008】

すなわち、本発明のポリアミド樹脂水性分散液の製造方法は、末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が60/40～100/0であるポリアミド樹脂を、末端カルボキシル基1モル当たり0.2～3モルの割合の塩基性物質を含む水性分散媒中に分散させることを特徴とする。

【0009】

また、本発明のポリアミド樹脂水性分散液は、末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が60/40～100/0であって、重量平均粒子径0.1～10 μ mのポリアミド樹脂の分散粒子と、該ポリアミド樹脂の末端カルボキシル基1モル当たり0.2～3モルの割合の塩基性物質と、水とを含むものである。

【0010】

【発明の実施の形態】

本発明に用いられるポリアミド樹脂は、特に限定されるものではないが、その末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が、60/40～100/0の範囲であるポリアミド樹脂が好適に用いられる。

【0011】

前記ポリアミド樹脂の製造方法としては、公知の方法が用いられる。例えば、ジアミン、ジカルボン酸、 ω -アミノ- ω' -カルボン酸の重縮合または環状ラクタムの開環重合等の方法が挙げられる。ここで、重縮合または開環重合の際に重合調節剤として、ジカルボン酸またはモノカルボン酸を所定量用いることにより容易に末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が60/40～100

0/0であるポリアミド樹脂を製造することができる。

【 0 0 1 2 】

前記ポリアミド樹脂の製造に用いられるジアミンの具体例としては、エチレンジアミン、トリメチレンジアミン、テトラメチレンジアミン、ペンタメチレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、1, 7-ジアミノヘプタン、1, 8-ジアミノオクタン、1, 9-ジアミノノナン、1, 10-ジアミノデカン、フェニレンジアミン、メタキシリレンジアミン等が挙げられる。

【 0 0 1 3 】

前記ポリアミド樹脂の製造に用いられるジカルボン酸の具体例としては、グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、スベリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ノナンジカルボン酸、デカンジカルボン酸、テトラデカンジカルボン酸、オクタデカンジカルボン酸、フマル酸、フタル酸、キシリレンジカルボン酸等が挙げられる。

【0014】

前記ポリアミド樹脂の製造に用いられる ω -アミノ- ω' -カルボン酸の具体例としては、6-アミノカプロン酸、7-アミノヘプタン酸、9-アミノノナン酸、11-アミノウンデカン酸、12-アミノドデカン酸等が挙げられる。

【0015】

前記ポリアミド樹脂の製造に用いられる環状ラクタムの具体例としては、 ϵ -カプロラクタム、 ω -エナントラクタム、 ω -ラウリルラクタム等が挙げられる。

【0016】

前記重合調節剤として用いられるジカルボン酸の具体例としては、前記のジカルボン酸と同様のもの挙げられる。また、モノカルボン酸の具体例としては、カプロン酸、ヘプタン酸、ノナン酸、ウンデカン酸、ドデカン酸等が挙げられる。

【0017】

前記の方法で得られるポリアミド樹脂の中、特に $-[\text{NH}(\text{CH}_2)_5\text{CO}] -$ 、 $-[\text{NH}(\text{C}$
 $\text{H}_2)_6\text{NHC}(\text{O})(\text{CH}_2)_4\text{C}(\text{O})] -$ 、 $-[\text{NH}(\text{CH}_2)_6\text{NHC}(\text{O})(\text{CH}_2)_8\text{C}(\text{O})] -$ 、 $-[\text{NH}(\text{CH}_2)_{10}\text{CO}] -$ 、 $-[$

$\text{NH}(\text{CH}_2)_{11}\text{CO}-$ からなる群より選ばれた少なくとも 1 種を構造単位とするポリアミド樹脂が好ましく用いられる。

【0018】

それらの具体例としては、6-ナイロン、66-ナイロン、610-ナイロン、11-ナイロン、12-ナイロン、6/66 共重合ナイロン、6/610 共重合ナイロン、6/11 共重合ナイロン、6/12 共重合ナイロン、6/66/11 共重合ナイロン、6/66/12 共重合ナイロン、6/66/11/12 共重合ナイロン、6/66/610/11/12 共重合ナイロンなどが挙げられる。これら重合体または共重合体は、単独であっても 2 種以上の混合物であってもよい。

【0019】

本発明に用いられる塩基性物質としては、水酸化ナトリウムや水酸化カリウムなどのアルカリ金属水酸化物やアンモニア、アミン化合物等が挙げられる。とりわけ、水酸化ナトリウムや水酸化カリウムなどのアルカリ金属水酸化物が分散効果の点から好ましく用いられる。

【0020】

前記塩基性物質の使用量は、ポリアミド樹脂の末端カルボキシル基 1 モル当たり 0.2~3 モル、好ましくは 0.4~2 モル、さらに好ましくは 0.6~1.5 モルである。塩基性物質の使用量が 0.2 モル未満では、ポリアミド樹脂の水性分散液を得るのが困難であり、3 モルを越える場合、得られる水性分散液が強アルカリ性となり実用的でない。

【0021】

前記末端カルボキシル基の量は特に限定されず、ポリアミド樹脂 1 kg 当たり 50~3000 ミリモルの範囲が望ましく、100~2000 ミリモルの範囲がさらに望ましい。末端カルボキシル基の多い方が、粒子径の小さい、安定な水分散液が得られる。

【0022】

本発明の製造方法においては、ポリアミド樹脂水性分散液の物性を損なわない範囲で、前記塩基性物質の他に、ポリアクリル酸塩、ポリスチレンスルホン

酸塩、スチレン無水マレイン酸塩、ポリビニルアルコール、ヒドロキシエチルセルロースなどの高分子分散剤、アルミナゾル、シリカゾル、リン酸カルシウムなどの無機分散剤、ロジン酸塩、脂肪酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩などのアニオン系界面活性剤、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン脂肪酸エタノールアミドなどのノニオン性界面活性剤、両性界面活性剤等の添加剤を併用しても良い。また、酸化防止剤等の各種添加剤も添加することができる。

【0023】

また本発明の製造方法は、水性分散媒中でポリアミド樹脂が軟化する温度以上、通常 70°C 以上 300°C 以下、好ましくは 90°C 以上 220°C 以下で行なうと良い結果が得られる。 70°C より低い温度ではポリアミド樹脂の水性分散媒中での軟化が十分はないため、均一な分散ができず、また 300°C より高い温度ではポリアミド樹脂の劣化が起こり好ましくないためである。

【0024】

さらに、ポリアミド樹脂の分散を十分に行なうためには剪断力を加えると、より好ましい結果が得られる。剪断力は通常、攪拌手段、例えば攪拌羽根等を回転することにより加えられる。攪拌羽根の回転数は通常、毎分 $100 \sim 500$ 回転で行なう。毎分 100 回転より少ない回転では分散が十分に行なわれず、また 500 回転より多くてもそれに伴う効果が見られず経済的に不利であるためである。

【0025】

本発明に用いられる分散媒としての水の量は、通常ポリアミド樹脂 100 重量部に対して $30 \sim 1500$ 重量部、好ましくは $100 \sim 500$ 重量部の範囲である。水の使用量が 30 重量部未満であると、ポリアミド樹脂が十分に水中に分散できず、また 1500 重量部を超えて使用しても、得られるポリアミド樹脂水性分散液の濃度が薄くなり、その使用上好ましくない。

【0026】

本発明のポリアミド樹脂水性分散液の製造方法としては、

(1) 分散槽中に、所定量のポリアミド樹脂、水および塩基性物質とを一括して供給し、ポリアミド樹脂が水性分散媒中で軟化する温度まで、毎分 100～500 回転で攪拌しながら加熱する。引き続き、ポリアミド樹脂が水性分散媒中で軟化する温度以上に保持して、毎分 100～500 回転で 10～60 分程度攪拌して水性分散液を得る方法、

(2) あらかじめポリアミド樹脂が水性分散媒中で軟化する温度以上に加熱され加圧下にある分散槽中に、毎分 100～500 回転で攪拌しながら所定量の溶融させたポリアミド樹脂、水および塩基性物質をそれぞれ圧入する。引き続き、ポリアミド樹脂が水性分散媒中で軟化する温度以上に保持して、毎分 100～500 回転で 10～60 分程度攪拌することにより剪断力を加えて水性分散液を得る方法が挙げられる。

【0027】

得られた水性分散液を室温まで冷却することにより、その過程で何ら凝集することなく重量平均粒子径 0.1～10 μm の微細なポリアミド樹脂水性分散液が得られる。

【0028】

前記分散槽としては、ポリアミド樹脂が水性分散媒中で軟化する温度以上の温度に加熱できる手段と、内容物に剪断力を与えることのできる攪拌手段を備えた耐圧容器であれば特に限定されず、例えば、攪拌機付き耐圧オートクレーブ等を使用すれば良い。

【0029】

本発明においては、水性分散媒中で軟化したポリアミド樹脂は、攪拌により、剪断力を受けると共に、本発明の塩基性物質の作用でポリアミド樹脂中の末端カルボシキル基が親水性のアルカリ塩となる結果、水中で安定な乳化剤の役割を果たし、重量平均粒子径が 0.1～10 μm の微細な樹脂液滴の分散液となる。

【0030】

さらに、得られたポリアミド樹脂水性分散液は半透膜等を用いる等、適当な濃縮手段を用いて任意の濃度に調整してもよい。

【0031】

本発明の第2の側面は、かくして得られたカルボキシル基と末端アミノ基の割合が60/40～100/0であって、重量平均粒子径0.1～10 μ mのポリアミド樹脂の分散粒子と、該ポリアミド樹脂の末端カルボキシル基1モル当たり0.2～3モルの割合の塩基性物質と、水とを含むポリアミド樹脂水性分散液である。

【0032】

また、得られたポリアミド樹脂水性分散液をそのまま、または遠心分離や濾過により固液分離した後、噴霧乾燥等の乾燥手段によって微粉末化し使用することもできる。

【0033】

【実施例】

以下に実施例および比較例を挙げ、本発明を具体的に説明するが、本発明はこれら実施例によって何ら限定されるものではない。

【0034】

【実施例1】

直径350mmのタービン型攪拌羽根を備えた内径700mm、高さ1500mm、内容積450Lのジャケット付きの耐圧オートクレーブ中に、6/66/12共重合ナイロン（末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が87/13、末端カルボキシル基130ミリモル/kg）120kg、水179.6kgおよび水酸化ナトリウム0.4kg（10モル）とを仕込み密閉した。次に、攪拌機を始動し毎分150回転で攪拌しながら、ジャケット部に加熱油を循環することにより、オートクレーブ内部を150℃まで昇温した。内温を150℃に保ちながら、さらに30分間攪拌した後、内容物を50℃まで冷却し、オートクレーブより取り出し、本発明のポリアミド樹脂水性分散液を得た。

【0035】

得られたポリアミド樹脂分散粒子の重量平均粒子径をレーザー回折式粒度分布測定装置（島津製作所製SALD2000）で測定したところ、重量平均粒子径は1.2 μ mであり、50℃で1ヶ月放置しても凝集分離や浮上分離は全

く見られず、静置安定性に優れたものであった。

【0036】

【実施例2】

直径350mmのタービン型攪拌羽根を備えた内径700mm、高さ1500mm、内容積450Lのジャケット付きの耐圧オートクレーブ中に、6/66/12共重合ナイロン（末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が92/8、末端カルボキシル基165ミリモル/kg）120kg、水178.8kgおよび水酸化カリウム1.2kg（21.8モル）とを仕込み密閉した。次に、攪拌機を始動し毎分150回転で攪拌しながら、ジャケット部に加熱油を循環することにより、オートクレーブ内部を150℃まで昇温した。内温を150℃に保ちながら、さらに30分間攪拌した後、内容物を50℃まで冷却し、オートクレーブより取り出し、本発明のポリアミド樹脂水性分散液を得た。

【0037】

得られたポリアミド樹脂分散粒子の重量平均粒子径をレーザー回折式粒度分布測定装置（島津製作所製SALD2000）で測定したところ、重量平均粒子径は0.3μmであり、50℃で1ヶ月放置しても凝集分離や浮上分離は全く見られず、静置安定性に優れたものであった。

【0038】

【実施例3】

直径350mmのタービン型攪拌羽根を備えた内径700mm、高さ1500mm、内容積450Lのジャケット付きの耐圧オートクレーブ中に、6/66/11/12共重合ナイロン（末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が72/28、末端カルボキシル基170ミリモル/kg）120kg、水179.2kgおよび水酸化ナトリウム0.8kg（20モル）とを仕込み密閉した。次に、攪拌機を始動し毎分150回転で攪拌しながら、ジャケット部に加熱油を循環することにより、オートクレーブ内部を170℃まで昇温した。内温を170℃に保ちながら、さらに30分間攪拌した後、内容物を50℃まで冷却し、オートクレーブより取り出し、本発明のポリアミド樹脂水性分散液を得た。

【0039】

得られたポリアミド樹脂分散粒子の重量平均粒子径をレーザー回折式粒度分布測定装置（島津製作所製SALD2000）で測定したところ、重量平均粒子径は $1.1\mu\text{m}$ であり、 50°C で1ヶ月放置しても凝集分離や浮上分離は全く見られず、静置安定性に優れたものであった。

【0040】

【実施例4】

直径350mmのタービン型攪拌羽根を備えた内径700mm、高さ1500mm、内容積450Lのジャケット付きの耐圧オートクレーブ中に、6/12共重合ナイロン（末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が88/12、末端カルボキシル基120ミリモル/kg）120kg、水179.4kgおよび水酸化カリウム0.6kg（10.7モル）とを仕込み密閉した。次に、攪拌機を始動し毎分150回転で攪拌しながら、ジャケット部に加熱油を循環することにより、オートクレーブ内部を 170°C まで昇温した。内温を 170°C に保ちながら、さらに30分間攪拌した後、内容物を 50°C まで冷却し、オートクレーブより取り出し、本発明のポリアミド樹脂水性分散液を得た。

【0041】

得られたポリアミド樹脂分散粒子の重量平均粒子径をレーザー回折式粒度分布測定装置（島津製作所製SALD2000）で測定したところ、重量平均粒子径は $1.8\mu\text{m}$ であり、 50°C で1ヶ月放置しても凝集分離や浮上分離は全く見られず、静置安定性に優れたものであった。

【0042】

【実施例5】

直径350mmのタービン型攪拌羽根を備えた内径700mm、高さ1500mm、内容積450Lのジャケット付きの耐圧オートクレーブ中に、6/66/610/11/12共重合ナイロン（末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が66/34、末端カルボキシル基120ミリモル/kg）120kg、水179.5kgおよび水酸化ナトリウム0.5kg（12.5モル）とを仕込み密閉した。次に、攪拌機を始動し毎分150回転で攪拌しながら、ジャ

ケット部に加熱油を循環することにより、オートクレーブ内部を150℃まで昇温した。内温を150℃に保ちながら、さらに30分間攪拌した後、内容物を50℃まで冷却し、オートクレーブより取り出し、本発明のポリアミド樹脂水性分散液を得た。

【0043】

得られたポリアミド樹脂分散粒子の重量平均粒子径をレーザー回折式粒度分布測定装置（島津製作所製SALD2000）で測定したところ、重量平均粒子径は2.3 μm であり、50℃で1ヶ月放置しても凝集分離や浮上分離は全く見られず、静置安定性に優れたものであった。

【0044】

【実施例6】

直径350mmのタービン型攪拌羽根を備えた内径700mm、高さ1500mm、内容積450Lのジャケット付きの耐圧オートクレーブ中に、12-ナイロン（末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が85/15、末端カルボキシル基90ミリモル/kg）120kg、水179.2kgおよび水酸化ナトリウム0.4kg（10モル）とを仕込み密閉した。次に、攪拌機を始動し毎分150回転で攪拌しながら、ジャケット部に加熱油を循環することにより、オートクレーブ内部を200℃まで昇温した。内温を200℃に保ちながら、さらに30分間攪拌した後、内容物を50℃まで冷却し、オートクレーブより取り出し、本発明のポリアミド樹脂水性分散液を得た。

【0045】

得られたポリアミド樹脂分散粒子の重量平均粒子径をレーザー回折式粒度分布測定装置（島津製作所製SALD2000）で測定したところ、重量平均粒子径は3.8 μm であり、50℃で1ヶ月放置しても凝集分離や浮上分離は全く見られず、静置安定性に優れたものであった。

【0046】

【比較例1】

直径350mmのタービン型攪拌羽根を備えた内径700mm、高さ1500mm、内容積450Lのジャケット付きの耐圧オートクレーブ中に、6/6

6/12 共重合ナイロン（末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が 87/13、末端カルボキシル基 130 ミリモル/kg）120 kg および水 180.0 kg を仕込み密閉した。次に、攪拌機を始動し毎分 150 回転で攪拌しながら、ジャケット部に加熱油を循環することにより、オートクレーブ内部を 150℃ まで昇温した。内温を 150℃ に保ちながら、さらに 30 分間攪拌した後、内容物を 50℃ まで冷却した。ポリアミド樹脂は塊状であり、水性分散液は得られなかった。

【0047】

【比較例 2】

直径 350 mm のタービン型攪拌羽根を備えた内径 700 mm、高さ 1500 mm、内容積 450 L のジャケット付きの耐圧オートクレーブ中に、6/66/12 共重合ナイロン（末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が 87/13、末端カルボキシル基 130 ミリモル/kg）120 kg、水 179.6 kg および水酸化ナトリウム 0.1 kg（2.5 モル）を仕込み密閉した。次に、攪拌機を始動し毎分 150 回転で攪拌しながら、ジャケット部に加熱油を循環することにより、オートクレーブ内部を 150℃ まで昇温した。内温を 150℃ に保ちながら、さらに 30 分間攪拌した後、内容物を 50℃ まで冷却した。ポリアミド樹脂は凝集した状態であり、水性分散液は得られなかった。

【0048】

【比較例 3】

直径 350 mm のタービン型攪拌羽根を備えた内径 700 mm、高さ 1500 mm、内容積 450 L のジャケット付きの耐圧オートクレーブ中に、6/66/12 共重合ナイロン（末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が 18/82、末端カルボキシル基 30 ミリモル/kg）120 kg、水 179.6 kg および水酸化ナトリウム 0.14 kg（3.5 モル）を仕込み密閉した。次に、攪拌機を始動し毎分 150 回転で攪拌しながら、ジャケット部に加熱油を循環することにより、オートクレーブ内部を 150℃ まで昇温した。内温を 150℃ に保ちながら、さらに 30 分間攪拌した後、内容物を 50℃ まで冷却した。ポリアミド樹脂が凝集した状態であり、水性分散液は得られなかった。

【0049】

【比較例4】

直径350mmのタービン型攪拌羽根を備えた内径700mm、高さ1500mm、内容積450Lのジャケット付きの耐圧オートクレーブ中に、6/66/12共重合ナイロン（末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が18/82、末端カルボキシル基30ミリモル/kg）120kg、水179.6kgおよび水酸化ナトリウム0.4kg（10モル）を仕込み密閉した。次に、攪拌機を始動し毎分150回転で攪拌しながら、ジャケット部に加熱油を循環することにより、オートクレーブ内部を150℃まで昇温した。内温を150℃に保ちながら、さらに30分間攪拌した後、内容物を50℃まで冷却した。ポリアミド樹脂が凝集した状態であり、水性分散液は得られなかった。

【0050】

【発明の効果】

本発明の製造方法によると、特定のポリアミド樹脂を塩基性物質を含む水性分散媒中に分散させることにより、該ポリアミド樹脂の末端カルボキシルを親水性の塩とし、その結果、粒子径が小さく静置安定性に優れたポリアミド樹脂水性分散液を容易に、しかも有機溶剤を使用せず安全にかつ安価に製造することができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 粒子径が小さく静置安定性に優れたポリアミド樹脂水性分散液を容易にかつ安価に、有機溶媒を使用せず安全に製造する方法を提供する。

【解決手段】 末端カルボキシル基と末端アミノ基の割合が60/40～100/0であるポリアミド樹脂を、末端カルボキシル基1モル当たり0.2～3モルの割合の塩基性物質を含む水性分散媒中に分散させることを特徴とするポリアミド樹脂水性分散液の製造方法。該方法を実施することにより重量平均粒子径0.1～10 μ mのポリアミド樹脂を含むポリアミド樹脂水性分散液が得られる。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000195661]

1. 変更年月日 1990年 8月21日

[変更理由] 新規登録

住 所 兵庫県加古郡播磨町宮西346番地の1

氏 名 住友精化株式会社